

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **63186738 A**

(43) Date of publication of application: **02.08.88**

(51) Int. Cl

C08J 3/12

(21) Application number: **62017476**

(22) Date of filing: **27.01.87**

(71) Applicant: **SEKISUI PLASTICS CO LTD**

(72) Inventor: **SHINTO NOBORU
SAKUMA ITARU**

(54) PRODUCTION OF NYLON POWDER

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain a spherical nylon powder without problems of coagulation, corrosion of apparatus, etc., by dissolving a nylon resin in a mixture of water, a lower alcohol and an alkaline earth metal nitrate by heating and cooling the formed solution.

CONSTITUTION: A nylon resin (e.g., nylon 11), an alkaline earth metal nitrate (e.g., calcium nitrate or magnesium nitrate), water and a lower alcohol (e.g., methanol) are mixed together and heated to dissolve the nylon resin. This solution is cooled to deposit a nylon powder, and this powder is separated by filtration to obtain the purpose nylon powder. In this way, coagulation of the nylon powder

can be prevented because the alkaline earth metal nitrate is used as an anticoagulant, and the alkaline earth metal nitrate, unlike a conventional alkaline earth metal chloride, does not corrode a stainless production apparatus.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio

⑬ 日本国特許庁(JP)

⑭ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-186738

⑮ Int. Cl.⁴

C 08 J 3/12

識別記号

CFG

庁内整理番号

Z-8115-4F

⑯ 公開 昭和63年(1988)8月2日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全9頁)

⑭ 発明の名称 ナイロン粉末の製造方法

⑰ 特 願 昭62-17476

⑱ 出 願 昭62(1987)1月27日

⑲ 発 明 者 新 堂 昇 滋賀県甲賀郡水口町大字泉1259
⑲ 発 明 者 佐 久 間 到 滋賀県甲賀郡水口町大字泉1259
⑲ 出 願 人 積水化成工業株式会 奈良県奈良市南京終町1丁目25番地
社
⑲ 代 理 人 弁理士 高田 瑋子 外1名

明 細 書

1、発明の名称 ナイロン粉末の製造方法

2、特許請求の範囲

1. ナイロン樹脂、アルカリ土類金属の硝酸塩、水、および1種または2種以上の低級アルコールを混合し、これを加熱してナイロン樹脂を溶解したのち冷却することを特徴とするナイロン粉末の製造方法。
2. アルカリ土類金属の硝酸塩が、硝酸カルシウムまたは硝酸マグネシウムであることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のナイロン粉末の製造方法。
3. 低級アルコールの炭素数が1~4であることを特徴とする特許請求の範囲第1項または第2項記載のナイロン粉末の製造方法。

3、発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、再沈澱によるナイロン粉末の製造方法に関する。

〔従来技術およびその問題点〕

ナイロン粉末は、粉体塗料、接着剤、化粧品原料、粉末成形品等の素材として広く使用されている。

このナイロン粉末を得る方法は種々開発されており、低級アルコール溶液を用いて再沈澱によりナイロン粉末を得る方法が、米国特許明細書2,592,616に開示されている。この方法は、ナイロン66あるいはナイロン610をメタノールに加熱溶解した後に冷却して再沈澱させ、ナイロン粉末を得るものである。

しかしながら、本発明者の実験によれば、ナイロン樹脂を上記の方法で粉末化すると、ナイロン粒子が析出する際に凝集が起るため、得られるナイロン粉末は塊状化している。このように塊状化したナイロン粉末は、粉体として使

動性が悪く嵩も高いため、取扱いが不便である。また、化粧品基剤のように、すべり性や感触の良さが求められる用途には好ましくない。従って、何らかの手段により解砕して微粒化する必要があるが、このように析出時に凝集したものは、簡単な機械的手段によっては容易に解砕できない。あえて解砕すると、微細の粒子が凝集してなる粉末に破断が生じて各粒子に分離するが、その際に粒子の丸味が損われることになる。

このような析出時における凝集は、メタノールの代わりにエタノール、*i*-プロパノールを用いた場合にも生じる。また、その他の低級アルコール、例えば *n*-プロパノールや *n*-ブタノール等を用いた場合には、凝集は起こらないが、得られる粉末の形状がいびつであった。

本発明者は、上記の問題点を解決するために、アルカリ土類金属の無水塩化物を含む低級アルコールを溶媒として使用することを、特開昭61-62548号に開示した。この方法によれば、析出時の凝集が防止され、凝集物のない微

粒化されたほぼ球状のナイロン粉末が得られる。しかしながら、この方法は、塩化物と溶媒中にわずかに含まれる水分とによって塩素イオンが生じるため、耐食材料として一般的に使用されるステンレス鋼でさえ腐食を受けるという欠点をも有するものであった。このような腐食に対する防食対策を施すと、製造装置が高価になり、また、防食対策を施すことのできる装置の規模は自ずと制限されるため、好ましくない。

本発明の解決策は、ステンレス製の装置を腐食することなく、微粒化されたほぼ球状のナイロン粉末を得る方法を提供することにある。

〔問題点を解決するための手段および作用〕

本発明者は、アルカリ土類金属の塩化物の代わりに硝酸塩を用いれば、ステンレス鋼を腐食することがなく、また、溶媒中から水を除去する必要もないことを見い出し、本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明は、ナイロン樹脂、アルカリ土類金属の硝酸塩、水、および1種または2

種以上の低級アルコールを混合し、これを加熱してナイロン樹脂を溶解したのち冷却することを特徴とするものである。

本発明に使用される低級アルコールとしては、メタノール、エタノール、*n*-プロパノール、*i*-プロパノール、*n*-ブタノール、*i*-ブタノール等があり、これらの中から選ばれた2種以上のアルコールを混合して使用することもできる。しかしながら、好ましい低級アルコールは、ナイロン樹脂の種類によって微妙に異なり、例えば、ナイロン6やナイロン66ではメタノール、エタノール、*n*-プロパノールが好ましく、ナイロン11ではエタノール、*n*-プロパノール、*i*-プロパノール、*n*-ブタノール、*i*-ブタノールが好ましく、ナイロン12ではエタノール、*n*-プロパノール、*n*-ブタノール、*i*-ブタノールが好ましい。

アルカリ土類金属の硝酸塩としては、硝酸カルシウム、硝酸マグネシウムが好ましい。これらの硝酸塩は、無水の塩でも結晶水を含有する

塩でも構わない。なお、析出したナイロン粒子を溶媒から分離した後、水洗することにより、硝酸塩は簡単に除去でき、ナイロン粒子中に残留することはない。

混合液中における好ましいナイロン樹脂の濃度、溶媒中の水分量、溶媒中の硝酸塩の濃度、混合液の加熱温度および冷却速度等は、ナイロン樹脂の種類や低級アルコールの種類により異なり、詳しくは次の①～④に記載の通りである。なお、本明細書において溶媒とは、アルカリ土類金属の硝酸塩、水、および低級アルコールの混合物を意味する。また、溶媒中の硝酸塩の濃度は、結晶水を除いた硝酸塩の純分の濃度を示し、溶媒中の水分量としては、硝酸塩の結晶水を含んだ量を示す。

① ナイロン6およびナイロン66の場合

溶媒中の硝酸塩の濃度は、5～30重量%であり、好ましくは10～20重量%である。しかしながら、硝酸塩はナイロン6またはナイロン66のアルコールへの溶解能を向上させる働

きをするため、ナイロン6およびナイロン66の溶解媒である水分の含量の少ない溶媒に、硝酸塩とナイロン6またはナイロン66とを添加して加熱溶解すると、その後冷却してもナイロン6またはナイロン66の粒子が析出しない場合がある。従って、ナイロン粒子を凝集させることなく効率よく析出させるには、溶媒中の水分量も同時に調節する必要がある。その水分量は、低級アルコールとしてメタノールを用いた場合には5~40重量%、エタノールを用いた場合には17~37重量%、n-プロパノールを用いた場合には27~40重量%とするのが好ましい。

また、溶媒100重量部に対してナイロン樹脂を溶解させる量は、1~20重量部であり、好ましくは3~15重量部である。この範囲内では、溶解させるナイロン樹脂の量が大きいくほど得られるナイロン粒子の粒径が大きくなる。

混合液の加熱温度は、ナイロン樹脂自体が溶解する130℃以上の範囲で自由に選択できる

の範囲内では、溶解させるナイロン樹脂の量が多いほど得られるナイロン粒子の粒径が大きくなる。

混合液の加熱温度については、ナイロン6およびナイロン66の場合と同じであるが、ナイロン樹脂を加熱溶解した後に攪拌しながら冷却する速度は、50℃/Hr以下でなければならず、好ましくは30℃/Hr以下である。

④ ナイロン12の場合

溶媒中の硝酸塩の濃度は、7重量%以上であり、好ましくは7~35重量%、より好ましくは10~30重量%である。硝酸塩の濃度が7重量%より低いと、凝集防止の効果は小さいか、または見られない。逆に、硝酸塩の濃度を必要以上に高めても、凝集防止の効果に変化が見られず、経済的に不利となるだけである。また、溶媒の粘度の上昇により、取扱い上の困難も生じてくる。

低級アルコールは、単独だとナイロン12を加熱溶解することができるが、硝酸塩を含むと、

が、特にナイロンの解重合が生じない140~160℃が好ましい。また、同一樹脂、同一溶媒を用いた場合には、高温で溶解するほど得られるナイロン粒子の径が大きくなる傾向が見られる。

ナイロン樹脂を高温で溶解した後、攪拌しながら50℃/Hr以下の冷却速度で冷却する。これより速く冷却すると、粒子の凝集が生じる。

⑤ ナイロン11の場合

溶媒中の硝酸塩の濃度は、5~40重量%であり、好ましくは10~35重量%である。しかしながら、低級アルコールに硝酸塩のみを添加した溶媒には、加熱してもナイロン11が溶解しない場合があるため、溶媒中にはある程度の水の存在が必要である。その水分量は、30重量%以下であり、好ましくは5~20重量%である。

また、溶媒100重量部に対してナイロン樹脂を溶解させる量は、1~20重量部であり、好ましくは3~15重量部である。そして、こ

ある程度の水が存在しなければ、ナイロン樹脂を溶解することができない。しかしながら、逆に、溶媒中の水分量が20重量%以上になると、溶媒の樹脂溶解能が低下し、加熱してもナイロン樹脂を完全に溶解することは困難になる。そして、溶媒中の水分量が大きくなると、得られるナイロン粒子の粒径の分布範囲が広がり、凝集が起こり易くなる傾向が見られる。また、溶媒中の水分量が硝酸塩の濃度より大きい場合にも、ナイロン粒子の凝集防止効果が顕著でなくなることも見出された。従って、溶媒中の好ましい水分量(X重量%)は、硝酸塩の濃度(A重量%)以下であり、かつ、次式を満たす値である。

$$\frac{21}{A^{0.6}} < X < 20$$

また、溶媒100重量部に対してナイロン樹脂を溶解させる量は、1~20重量部であり、好ましくは3~15重量部である。樹脂量が多くなると凝集が起こり易くなる傾向が見られる。

混合液の加熱温度および冷却速度については、ナイロン11の場合と同じである。

なお、以上の全ての種類のナイロン樹脂において、混合液を冷却する際の攪拌の程度が小さすぎると、ナイロン粒子の粒径が大きくなるとともに凝集が起こり易くなる傾向が見られ、攪拌の程度が大きすぎると、粒径は小さくなるが粒径の分布が広がる傾向が見られる。

また、本発明によれば、ナイロン粒子は、析出の際に溶液中に安定に分散し、凝集しないため、乾燥工程で仮着したとしても、機械的手段により、形状を毀うことなく容易に解砕することができる。

〔実施例〕

次に、実施例と比較例とによって本発明を詳細に説明する。

実施例および比較例は、いずれも、攪拌のための垂直パドル型回転筒のある5ℓオートクレープで行なった。オートクレープの材質は、実施例2、8、15、20についてはSUS30

4であり、その他の実施例および比較例についてはSUS316であった。

また、ナイロン粒子の形状、粒径、および凝集の有無については、析出したナイロン粒子を溶液とともに、スライドガラス上に少量採り、500倍の光学式投影顕微鏡で観察した。

実施例 1

ナイロン6（宇部興産株式会社製、分子量13,000）75g、硝酸カルシウム4水塩300g（硝酸カルシウム純分210g、水分90g）、メタノール712g、および水488gをオートクレープに入れ、窒素置換し、内容物を攪拌しながら140℃まで昇温してナイロン樹脂を溶解したのち、30℃/Hrの冷却速度で回転筒を毎分600回転で攪拌しながら冷却した。沈着物を吸引濾過して溶液を分離し、水洗したのち減圧乾燥してナイロン粉末を得た。

実施例 2

SUS304製のオートクレープを使用し、実施例1と同様に行なった。

実施例 3

低級アルコールとしてエタノールを使用し、実施例1と同様に行なった。

実施例 4

低級アルコールとしてn-プロパノールを使用し、実施例1と同様に行なった。

実施例 5

硝酸塩として硝酸マグネシウムを使用し、硝酸マグネシウム6水塩375g（硝酸マグネシウム純分217g、水分158g）、メタノール825g、および水300gの混合液を溶液として、実施例1と同様に行なった。

実施例 6

ナイロン66（宇部興産株式会社製、分子量15,000）75g、硝酸カルシウム4水塩324g（硝酸カルシウム純分225g、水分99g）、およびメタノール1176gをオートクレープに入れ、窒素置換し、内容物を攪拌しながら140℃まで昇温してナイロン樹脂を溶解したのち、10℃/Hrの冷却速度で回転筒を毎分

550回転で攪拌しながら冷却した。沈着物を吸引濾過して溶液を分離し、水洗したのち減圧乾燥してナイロン粉末を得た。

比較例 1

ナイロン6（宇部興産株式会社製、分子量13,000）75g、塩化カルシウム2水塩300g（塩化カルシウム純分225g、水分75g）、グリセリン315g、水150g、およびメタノール735gをオートクレープに入れ、窒素置換し、内容物を攪拌しながら160℃まで昇温してナイロン樹脂を溶解したのち、30℃/Hrの冷却速度で回転筒を毎分600回転で攪拌しながら冷却した。沈着物を吸引濾過して溶液を分離し、水洗したのち減圧乾燥してナイロン粉末を得た。

上記の実施例1～6および比較例1においては析出時の凝集が起こらず、得られたナイロン粒子はいずれも多孔質の球状粒子であった。

しかしながら、オートクレープの腐食の有無については歴然とした差が認められ、実施例に

第 1 表

において使用したオートクレーブの内壁には、腐食の兆候は全く見られなかったが、比較例で使用したオートクレーブの内壁は、光沢がなくなり錆が発生していた。

なお、上記の実施例 1～6 および比較例 1 について、溶媒の組成、混合液中のナイロン樹脂量、および析出したナイロン粒子の粒径を、第 1 表に示す。

(以下空白)

	溶媒の組成 (重量%)			溶媒 100 重量部に溶 解させるナ イロン樹脂 量 (重量部)	ナイロン粒子 の粒径 (μm)
	アルコ ール	塩	水分		
実施例 1	47.5	14.0	38.5	5	20~30
実施例 2	47.5	14.0	38.5	5	20~30
実施例 3	50.0	14.0	36.0	5	10~20
実施例 4	47.5	14.0	38.5	5	20~30
実施例 5	55.0	14.5	30.5	5	20~30
実施例 6	78.4	15.0	6.6	5	12
比較例 1	70.0	15.0	15.0	5	約 10

実施例 7

ナイロン 11 (ATO CHEM 社製、東レ株式会社販売、商品名：リルサン、グレード：B MN 0) 75g、硝酸カルシウム 4 水塩 540g (硝酸カルシウム純分 375g、水分 165g)、およびエタノール 960g をオートクレーブに入れ、真空置換し、内容物を攪拌しながら 140℃ まで昇温してナイロン樹脂を溶解したのち、7℃/Hr の冷却速度で回転翼を毎分 550 回転で攪拌しながら冷却した。沈殿物を吸引濾過して溶媒を分離し、水洗したのち減圧乾燥してナイロン粉末を得た。

実施例 8

SUS 304 製のオートクレーブを使用し、実施例 7 と同様に行なった。

実施例 9

低級アルコールとして n-プロパノールを使用し、実施例 7 と同様に行なった。

実施例 10

低級アルコールとして n-ブタノールを使用し、

実施例 7 と同様に行なった。

実施例 11

硝酸カルシウム 4 水塩 675g (硝酸カルシウム純分 469g、水分 206g)、n-プロパノール 750g、および水 75g の混合物を溶媒として、実施例 7 と同様に行なった。

実施例 12

硝酸塩として硝酸マグネシウムを使用し、硝酸マグネシウム 6 水塩 650g (硝酸マグネシウム純分 376g、水分 274g) と n-プロパノール 850g との混合物を溶媒として、実施例 7 と同様に行なった。

比較例 2～4

溶媒中に硝酸カルシウムおよび水を混入せず、メタノール、エタノール、n-プロパノールをそれぞれ単独で使用して、実施例 7 と同様に行なった。

上記の実施例 7～12 においては、析出時の凝集が起こらず、得られたナイロン粒子はいずれも多孔質の球状粒子であった。また、いずれ

第 2 表

の実施例においても、オートクレーブの内壁には、腐食の兆候は全く見られなかった。

一方、比較例 2～4 においては、析出時に凝集が起こり、得られた粒子は、いずれも粒径が 50～300 μ のいびつな形状のものであった。

なお、上記の実施例 7～12 について、溶媒の組成、混合液中のナイロン樹脂量、および析出したナイロン粒子の粒径を、第 2 表に示す。

(以下空白)

	溶媒の組成 (重量%)			溶媒 100 重量部に溶 解させるナ イロン樹脂 量 (重量部)	ナイロン粒子 の粒径 (μm)
	アルコ ール	塩	水分		
実施例 7	64.0	25.0	11.0	5	15～30
実施例 8	64.0	25.0	11.0	5	15～30
実施例 9	64.0	25.0	11.0	5	20～50
実施例 10	64.0	25.0	11.0	5	10～30
実施例 11	50.0	31.3	18.7	5	20～30
実施例 12	56.7	25.0	18.3	5	20～30

実施例 13

ナイロン 12 (宇部興産株式会社製、分子量 20,000) 75 g、硝酸カルシウム 4 水塩 432 g (硝酸カルシウム純分 300 g、水分 132 g)、およびエタノール 1068 g をオートクレーブに入れ、真空置換し、内容物を攪拌しながら 150℃ まで昇温してナイロン樹脂を溶解したのち、10℃/Hr の冷却速度で回転翼を 550 回転で攪拌しながら冷却した。沈殿物を吸引濾過して溶媒を分離し、水洗したのち減圧乾燥してナイロン粉末を得た。

実施例 14

低級アルコールとして n-プロパノールを使用し、n-プロパノール 1176 g と硝酸カルシウム 4 水塩 324 g (硝酸カルシウム純分 225 g、水分 99 g) との混合物を溶媒として、実施例 13 と同様に行なった。

実施例 15

SUS304 製のオートクレーブを使用し、実施例 14 と同様に行なった。

実施例 16

低級アルコールとして i-ブタノールを使用し、実施例 14 と同様に行なった。

実施例 17

低級アルコールとして n-ブタノールを使用し、実施例 14 と同様に行なった。

実施例 18

低級アルコールとしてエタノールと n-ブタノールの等量混合物を使用し、実施例 14 と同様に行なった。

実施例 19

硝酸塩として硝酸マグネシウム 6 水塩を使用し、n-プロパノール 1111 g と硝酸マグネシウム 6 水塩 389 g (硝酸マグネシウム純分 225 g、水分 164 g) との混合物を溶媒として、実施例 14 と同様に行なった。

実施例 20

SUS304 製のオートクレーブを使用し、実施例 19 と同様に行なった。

比較例 5~9

溶媒中に硝酸塩および水を混入せず、メタノール、エタノール、1-プロパノール、n-プロパノール、n-ブタノールをそれぞれ単独で1500gずつ使用して、実施例13と同様に行なった。

比較例 10

硝酸カルシウム4水塩の代わりに無水塩化カルシウムを使用し、メタノール1275gと無水塩化カルシウム225gとの混合物を溶媒として、実施例13と同様に行なった。

上記の実施例13~20においては、析出時の凝集が起こらず、得られたナイロン粒子はいずれも多孔質の球状粒子であった。また、いずれの実施例においても、オートクレーブの内壁には、腐食の兆候は全く見られなかった。

一方、比較例5~7においては、析出時の凝集が起こり、塊状化したナイロン粉末が得られた。また、比較例8、9においては、析出時の凝集は生じなかったものの、個々のナイロン粒

子の形状が針状であり、一般的なナイロン粉末の用途には適さないものであった。

さらに、比較例10においては、析出時の凝集が起こらず、得られたナイロン粒子はいずれも多孔質の球状粒子であったが、オートクレーブの内壁は腐食を受け、全体に光沢がなくなり、褐色に染びた箇所も見られた。

なお、上記の実施例13~20および比較例10について、溶媒の組成、混合液中のナイロン樹脂量、および析出したナイロン粒子の粒径を、第3表に示す。

(以下余白)

第3表

	溶媒の組成 (重量%)			溶媒100 重量部に溶 解させるナ イロン樹脂 量 (重量部)	ナイロン粒子 の平均粒径 (μm)
	アルコ ール	塩	水分		
実施例13	71.2	20.0	8.8	5	8
実施例14	78.4	15.0	6.6	5	7
実施例15	78.4	15.0	6.6	5	7
実施例16	78.4	15.0	6.6	5	10
実施例17	78.4	15.0	6.6	5	10
実施例18	78.4	15.0	6.6	5	8
実施例19	74.1	15.0	10.9	5	10
実施例20	74.1	15.0	10.9	5	10
比較例10	85.0	15.0	0	5	10

実施例21~25および比較例11~15

溶媒中の硝酸塩の濃度および水分量がナイロン粒子に与える影響を検討した。

実施例21~23および比較例11~13においては、硝酸カルシウム4水塩から結晶水を除去して、これをn-プロパノールに添加し、さらに、除去した結晶水より少ない所定量の水を加えた混合物を溶媒とした。従って、溶媒中の水分量は、硝酸カルシウム4水塩をそのまま添加した場合より小さい。なお、溶媒の全量は1500gであり、その他の条件は実施例14と同様である。

実施例21~23および比較例11~13について、溶媒の組成と混合液中のナイロン樹脂量とを第4表に示す。

(以下余白)

第 4 表

	溶媒の組成 (重量%)			溶媒100 重量部に溶 解させるナ イロン樹脂 量 (重量部)
	アルコ ール	塩	水分	
実施例21	84.5	10.0	5.5	5
実施例22	80.0	15.0	5.0	5
実施例23	75.5	20.0	4.5	5
比較例11	88.0	10.0	4.0	5
比較例12	82.0	15.0	3.0	5
比較例13	77.5	20.0	2.5	5

実施例21～23においては、ナイロン樹脂の溶解、再沈澱により、ナイロン粒子が得られたが、比較例11～13においては、ナイロン樹脂は溶解せず、懸濁して餅のような状態でオートクレープの内壁や回転翼に付着し、ナイロン粒子は得られなかった。

実施例24は、実施例14と同様の条件で行なった。また、実施例25および比較例14、15においては、n-プロパノールに硝酸カルシウム4重量部を添加し、さらに、所定量の水を加えた混合物を溶媒とした。溶媒の全量はいずれも1500gであり、その他の条件は実施例14と同様である。

実施例24、25および比較例14、15について、溶媒の組成、混合物中のナイロン樹脂量、および析出したナイロン粒子の粒径を、第5表に示す。

第 5 表

	溶媒の組成 (重量%)			溶媒100 重量部に溶 解させるナ イロン樹脂 量 (重量部)	ナイロン粒子の 粒子径 (μm)	
	アルコ ール	塩	水分		平均	範囲
実施例24	78.3	15.0	6.7	5	8	5～10
実施例25	71.7	15.0	13.3	5	12	5～20
比較例14	66.7	15.0	18.3	5	15	5～25
比較例15	60.0	15.0	25.0	5	—	—

実施例24、25においては、析出時の凝集が起こらず、得られたナイロン粒子はいずれも多孔質の球状粒子であった。しかしながら、溶媒中の水分量の増加とともに、ナイロン粒子の粒径は大きくなり、また粒径の分布範囲も広がる傾向が見られた。

比較例14においては、溶媒中の水分量が硝酸塩の濃度を超えており、ナイロン粒子の凝集が顕著し始める。また、比較例15においては、溶媒中の水分量が20重量%を超えており、ナイロン樹脂が完全に溶解せず、粉末が得られなかった。

従って、溶媒中の好ましい水分量(X重量%)は、硝酸塩の濃度(A重量%)以下であり、かつ、次式を満たす値であった。

$$\frac{21}{A \cdot 0.6} < X < 20$$

実施例 26

ナイロン樹脂としてナイロン12(宇部興産株式会社製、分子量14,000)75gを使用した

ことと、冷却速度を7℃/Hrとしたことの他は実施例14と同様に行なった。

実施例 27

冷却速度を20℃/Hrとしたことの他は実施例26と同様に行なった。

比較例 16

冷却速度を50℃/Hrとしたことの他は実施例26と同様に行なった。

実施例26、27においては、析出時の凝集が起こらず、得られたナイロン粒子はいずれも多孔質の球状粒子であったが、冷却速度の小さい実施例26で得られる粒子の方が、実施例27で得られる粒子よりも丸味に富んでいた。

一方、比較例16においては、析出時に凝集が生じた。

なお、以上の全ての実施例で得られたナイロン粉末は、優れた吸収能力を有していた。

〔発明の効果〕

本発明方法によれば、ステンレス製の装置を腐食することなく、微粒化されたほぼ球状のナ

イロン粉末を得ることができる。従って、製造装置に特別な防食対策を施す必要がないため、製造装置が高価になるのを防ぐことができ、しかも、装置の規模や能力を自由に選ぶことができる。

特許出願人 積水化成工業株式会社

代理人 弁理士 真田 琢子

ほか1名

